

# [12] 发明专利申请公开说明书

[21] 申请号 01138920.6

[43] 公开日 2002 年 7 月 10 日

[11] 公开号 CN 1357599A

[22] 申请日 2001.12.23 [21] 申请号 01138920.6

[71] 申请人 长春科润光电子材料科技有限公司

地址 130021 吉林省长春市延安大路 1 号

共同申请人 郑 岩

[72] 发明人 郑 岩 侯秀洁

[74] 专利代理机构 长春市同创专利事务所

代理人 许宝贵

权利要求书 1 页 说明书 3 页 附图页数 0 页

[54] 发明名称 彩色上转换材料制备方法

[57] 摘要

本发明涉及一种彩色上转换材料制备方法,属于发光物理学中发光材料的合成方法。(a)该材料由下列组分组成(摩尔百分比):含钇、钆或镧的化合物中的至少一种 55~90%,含镱化合物 18~40%,含铟、铊、铊、铊、铊或铈的化合物中的至少一种 2~4%,含钠、钾、锂、铍、钡、铝、钙、锶、硼、镁或锌化合物中的至少一种 1~2%,将上述组分按摩尔百分比称重,研磨混合均匀,在 500~1100℃恒温 2~8 小时,制成烧结体,其可以是玻璃态、陶瓷态、微晶颗粒态,再研成粒度为 100~400 目的粉末即成。本发明具有工艺简单,化学合成成本低廉,材料发光效率较高,适合工业化规模生产特点。

ISSN 1008-4274

# 权 利 要 求 书

- 1、一种彩色上转换材料的制备方法，其特征在于：
  - (a) 该材料由下列组分组成（摩尔百分比）：

含钇 Y、钆 Gd 或镧 La 的化合物中的至少一种	55~90%
含镱 Yb 化合物	18~40%
含铒 Er、铥 Tm、钦 Ho、镝 Dy、铈 Ce 或镨 Pr 的化合物中的至少一种	2~4%
含钠 Na、钾 K、锂 Li、铍 Be、钡 Ba、铝 Al、钙 Ca、锆 Zr、硼 B、镁 Mg 或锌 Zn 化合物中的至少一种	1~2%
  - (b) 将上述组分按摩尔百分比称重，研磨混合均匀，在 500~1100℃ 恒温 2~8 小时，制成烧结体，其可以是玻璃态、陶瓷态、微晶颗粒态，再研磨成粒度为 100~400 目的粉末即成。
- 2、根据权利要求 1 所述的彩色上转换材料的制备方法，其特征在于：含钇 Y、钆 Gd、镧 La、镱 Yb、铒 Er、铥 Tm、钦 Ho、镝 Dy、Ce 铈或镨 Pr 的化合物为其氧化物或氟化物或氯化物或硫化物。
- 3、根据权利要求 1 所述的彩色上转换材料的制备方法，其特征在于：钠 Na、钾 K、锂 Li、铍 Be、钡 Ba、铝 Al、钙 Ca、锆 Zr、硼 B、镁 Mg 或锌 Zn 的化合物为其氟化物或氯化物或氧化物。
- 4、根据权利要求 2 所述的彩色上转换材料的制备方法，其特征在于：将含钇 Y、钆 Gd、镧 La、镱 Yb、铒 Er、铥 Tm、镝 Dy、铈 Ce、钦 Ho 或镨 Pr 的氧化物中加入氢氟酸，制成氟化物。
- 5、根据权利要求 1 所述的彩色上转换材料的制备方法，其特征在于：合成时应在真空中或含有氧气氛、氟气氛、氯气氛、硫气氛的保护下高温烧结。
- 6、根据权利要求 1 所述的彩色上转换材料的制备方法，其特征在于：该类材料可以被 0.8—1.6 微米的不可见红外光激发，发出红、蓝、绿色的可见光。

彩色上转换材料制备方法

**技术领域** 本发明属于发光物理学中发光材料的合成方法。

**背景技术** 彩色上转换材料能将各种不可见红外波段光束转换成可见光，如用于：各类半导体激光器的红外光检测，红外发光二极管发射光跟踪，YAG 等大型激光器光束校对。用于红外防伪可以印刷涂抹于纸张、塑料、纤维制品表面，主要用于商品、商标证券等的防伪，其识别只要通过红外线遥控器或半导体激光器即可。具有结构简单、响应灵敏、使用寿命长、安全性能好、应用范围广等特点。该类产品对红外光束可有效的实现探测、跟踪、识别、校对，适用于科研、医疗、光纤通信、工业加工、军事国防等领域。

目前现有制备上转换材料的方法大多是采用干法或湿法制成，而大规模生产目前只有绿色上转换材料可以实现，该类制备工艺复杂，不易稳定，且价格昂贵。专利文献 CN1183552、CN1185475、US5525380、US5541012 中对上述方法有所报导。

**发明内容** 本发明提供一种彩色上转换材料制备方法，使用该方法可以实现红色、蓝色、绿色发光。本发明是将含钇 Y、钆 Gd、镧 La、铽 Yb、铒 Er、铥 Tm、钦 Ho、镝 Dy、Ce 铈或镨 Pr 的化合物为其氧化物、氟化物、氯化物、硫化物至少一种按一定化学比例混合，同时加入含钠 Na、钾 K、锂 Li、铍 Be、钡 Ba、铝 Al、钙 Ca、锆 Zr、硼 B、镁 Mg 或锌 Zn 化合物，为其氟化物、氯化物、氧化物至少一种与其混合，并研磨；也可以是氧化物、氯化物、硫化物，加入氢氟酸，制成氟化物；在 500-1100℃ 高温下烧结；烧结合成时将材料放置在铂金坩锅中，加盖密封，并在真空中或含有氧气氛、氟气氛、氯气氛、硫气氛保护下完成，其可以是玻璃态、陶瓷态、微晶颗粒态再研成粒度为

100~400 目的粉末即成。

本发明具有工艺简单，化学合成成本低廉，材料发光效率较高，适合工业化规模生产特点。该类材料可以被 0.8—1.6 微米的不可见红外光激发，发出红、蓝、绿色的可见光，其粒度为 10-50  $\mu\text{m}$  或块体，上述红外发光材料使用功率 10mW 即可起亮，其发光强度与红外器件功率成一定的正比增长关系，用其生产的器件产品基材可以是：纸板、塑料、玻璃、陶瓷、铁板，并可根据要求订制各种形状、面积、颜色、图案、特殊性能的产品。

#### 具体实施方式

##### 实施例一：

称量  $\text{Y}_2\text{O}_3$  9g,

$\text{Yb}_2\text{O}_3$  3.8g,

$\text{Er}_2\text{O}_3$  2g,

加入氢氟酸 20ml，将制得的氟化物沉淀加入 NaF 5g，一起研磨混匀，烧结时，630℃恒温 4 小时，制成烧结体，再研成粒度为 400 目粉末即可，该材料在红外波长 970nm 激发下即发出绿色的可见光。

##### 实施例二

称量 YF 14g , GdF 23g

$\text{YbF}_3$  3g

$\text{DyF}_3$  0.5g,

NaF 2.8g

一起研磨混匀，在硫气氛保护下烧结，1100℃恒温 4 小时，制成烧结体，再研成粒度为 400 目粉末即可，该材料在红外波长 970nm 激发下即发出绿色的可见光。

实施例三:

称量  $\text{La}_2\text{O}_3$  5g,

$\text{Yb}_2\text{O}_3$  1.6g

$\text{Er}_2\text{O}_3$  0.2g

$\text{MgF}_2$  10g

一起研磨混匀, 烧结时, 在硫气氛保护下,  $1200^\circ\text{C}$  恒温 2 小时, 制成烧结体, 再研成粒度为 400 目粉末即可, 该材料在红外波长 970nm 激发下即发出红色的可见光。

实施例四:

$\text{Y}_2\text{O}_3$  14g

$\text{Yb}_2\text{O}_3$  15g

$\text{Tm}_2\text{O}_3$  0.04g

加入氢氟酸 20ml, 将制得的氟化物沉淀, 研磨混匀, 烧结时,  $650^\circ\text{C}$  恒温 4 小时, 制成烧结体, 再研成粒度为 400 目粉末即可, 该材料在红外波长 970nm 激发下即发出蓝色的可见光。

DELPHION

51457-2002600-10361

Select CR

RESEARCH

PRODUCTS

INSIDE DELPHION

Log On | New File | Saved Searches

My Account

Search: Quick/Number Boolean Advanced Derwent Help

The Delphion Integrated View: INPADOC Record

☒ PDF | [More choices...](#)

Tools: Add to Work File:

View: Jump to:  Go to: [Derwent](#)

☒ Email this to a friend

Title: CN1357599A: PREPN OF COLOR UP CONVERTING MATERIAL

Derwent Title: Preparation of color up converting material [Derwent Record]

Country: CN China

Kind: A Unexamined APPLIC. open to Public inspection

Inventor: YAN ZHENG; China  
XIUJIE HOU; China

Assignee: KERUN OPTOELECTRONIC MATERIAL SCIENCE &. TECHNOLOGY CO., LTD., CHANGCHUN  
China  
[News](#), [Profiles](#), [Stocks](#) and [More about this company](#)

Published / Filed: 2002-07-10 / 2001-12-23

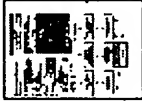
Application Number: CN2001000138920

IPC Code: C09K 11/78;

ECLA Code: None

Priority Number: 2001-12- CN2001000138920

Abstract: The present invention relates to light emitting physics. The color up converting material consists of (in molar percentage): at least one of compounds of Y, Gd and La 55-90, compound of Yb 18-40, at least one of compounds of Er, Tm, Ho, Dy, Ce and Pr and at least one of compounds of Na, K, Li, Be, BA, Ca, Al, Zr, B, Mg and Zn 1-2. It is prepared by weighting grinding and mixing the said components: heating at 500-1100 deg.c for 2-8 hr to prepare sintered body in glass state, ceramic state or crystallite particle state; and grinding into 100-400 mesh powder. The present



High  
Resolution

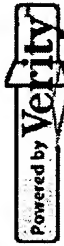
invention has simple technological process, low cost, high light emitting efficiency of the material and being suitable for industrial production.

## Family:

PDF	Publication	Pub. Date	Filed	Title
<input checked="" type="checkbox"/>	CN1357599A	2002-07-10	2001-12-23	PREPN OF COLOR UP CONVERTING MATERIAL
1 family members shown above				

## Other Abstract Info:

DERABS C2002-724340

[Nominate this for the Gallery...](#)**THOMSON** ★

Copyright © 1997-2004 The Thomson Corporation  
[Subscriptions](#) | [Web Seminars](#) | [Privacy](#) | [Terms & Conditions](#) | [Site Map](#) | [Contact Us](#) | [Help](#)